

Schweizerisches Lebensmittelbuch : Anträge für die Revision des Abschnittes Spirituosen

Autor(en): **Arragon / Enz / Fellenberg**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **4 (1913)**

Heft 2

PDF erstellt am: **08.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984252>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Schweizerisches Lebensmittelbuch.

Anträge für die Revision des Abschnittes Spirituosen.

Dem schweiz. Verein analytischer Chemiker vorgelegt von der Kommission
(Arragon, Enz und von Fellenberg).

I. Definitionen.

Alle Produkte der Destillation vergorener Früchte und Pflanzensäfte (Maischen) fallen unter den Begriff gebrannte Wasser.

Je nach Herstellungszweck, Fabrikationsverfahren und Reinheitsgrad ist zu unterscheiden zwischen

1. Branntwein,
2. Rohspiritus und
3. Sprit.

1. Branntweine.

Branntweine sind Produkte, bei denen zum Zwecke der Herstellung eines Getränkes die Maische in der Regel in einem einfachen periodischen Apparat der Destillation unterworfen wird. Sie bestehen zur Hauptsache aus Aethylalkohol und Wasser und enthalten nebenbei in geringer Menge eine Reihe von verschiedenartigen Stoffen, wie Aldehyde, höhere Alkohole, Säuren, Ester, ätherische Oele, Terpene etc. von verschiedener Zusammensetzung. Diese Nebenbestandteile sind die geruch- und geschmackgebenden Stoffe und machen in ihrer Gesamtheit das jede einzelne Branntweinsorte charakterisierende Bouquet aus.

Die wichtigsten Branntweine lassen sich folgendermassen definieren:

Kognak nennt man aus Naturwein erhaltene Destillate, welche ein angenehmes, an Wein erinnerndes Aroma, sowie infolge längerer Lagerung in Holzfässern einen milden Geschmack und

eine gelbe Farbe besitzen. Der im Handel befindliche Kognak ist oft mit Caramel gefärbt und gezuckert.

In der Charente wird der Wein meistens zusammen mit seinen Drusen destilliert.

Rhum ist ein durch Destillation von vergorener Zuckerrohr-Melasse und Zuckerrohr-Rückständen hergestellter Branntwein. Sein Bouquet wird wie beim Kognak durch längeres Lagern bedeutend verbessert. Das Färben mit Caramel ist beim Rhum fast allgemein gebräuchlich.

Die wichtigsten Rhumsorten sind: Jamaika, Martinique, Kuba, Demerara, Barbados.

Arrak ist ein entweder aus Reis mit oder ohne Zusatz verschiedener zuckerhaltiger Pflanzensäfte oder aber aus den Blütenkolben der Kokospalme hergestellter Branntwein. Der Arrak ist gewöhnlich farblos oder schwach gelb gefärbt.

Tresterbranntwein ist ein Destillat aus vergorenen Traubentrestern.

Hefe- oder **Drusenbranntwein** wird durch Destillation von Weinhefe (Drusen) gewonnen.

Obstbranntwein wird durch Destillation von vergorenen Äpfeln, Birnen oder deren Abfällen, sowie von Obstwein hergestellt.

Obsttresterbranntwein wird aus den vergorenen Pressrückständen der Obstweinfabrikation erhalten.

Obstdrusenbranntwein wird durch Destillation der Obstweinhefe (Obstdrusen) bereitet. Mischungen von Obsttrester- und Obstdrusenbranntwein sind als Obsttresterbranntwein zu bezeichnen.

Kartoffelbranntwein ist das Destillat aus vergorener Kartoffelmaische. Der in der Schweiz im Verkehr befindliche Kartoffelbranntwein ist mit Spirit verschnitten.

Kornbranntwein wird aus Körnerfrüchten hergestellt.

Whisky wird aus Korn, Gerste oder Mais bereitet.

Enzian ist ein Destillat aus vergorenen Enzianwurzeln.

Kirsch- und **Zwetschgenwasser** (Steinbostbranntweine) sind Branntweine, zu deren Herstellung Kirschen bzw. Zwetschgen in Fässer gestampft und der Gärung überlassen werden. Die vergorene Maische wird dann destilliert.

2. Rohspiritus.

Rohspiritus wird zum Zwecke der Gewinnung eines alkoholreichen Produktes unter Zuhilfenahme vervollkommneter, kontinuierlicher Destillierapparate gewonnen. Er enthält 75 bis 95 Vol. % Alkohol und ist mehr oder weniger durch Nebenprodukte (Fusel) verunreinigt, welche ihn in der Regel nicht direkt zum Trinkkonsum geeignet machen.

Hierher gehören:

1. Melasserohspiritus (aus Rübenmelasse).
2. Rohspiritus aus Kartoffeln und Körnerfrüchten.
3. Tresterrohspiritus (aus Trauben- und Obstrestern) und andere.

Der Kartoffel- und Kornrohspiritus wird häufig, entsprechend verdünnt, als Kartoffel- und Kornbranntwein (siehe Seite 89) ohne weitere Reinigung genossen.

3. Spirit.

Zum Zwecke der Gewinnung eines reinen, nahezu wasserfreien Alkohols erhält man aus Rohspiritus oder direkt aus der vergorenen Maische mit Hilfe verschiedener Reinigungsprozesse, wie Rektifikation, Kohlenfiltration und andern, ein von allen Nebenprodukten fast oder gänzlich befreites 95—97 Vol. % Aethylalkohol haltendes Erzeugnis (Rektifikat), welches man *Spirit* nennt.

Man unterscheidet im schweizerischen Handel im allgemeinen folgende Spritsorten:

1. Weinsprit,
2. Primasprit,
3. Feinsprit,
4. Secundasprit.

Den mit Hilfe von wasserentziehenden Mitteln, wie Aetzkalk oder metallischem Natrium, von Wasser befreiten Spirit nennt man Alkohol absolutus. Dem im Handel vorkommenden absoluten Alkohol haften in der Regel verschiedene Verunreinigungen an.

Der Spirit bildet den wichtigsten Hilfsstoff für die Fabrikation von künstlichen Branntweinen und Liqueuren.

Liqueure und Bittere.

Liqueure sind im allgemeinen künstliche Mischungen von Sprit, Wasser und Zucker (Liqueurkörper) mit verschiedenen aromatischen Substanzen, wie ätherische Oele, Bitterstoffe, Pflanzenauszüge und Farbstoffe.

Die Liqueure werden sowohl auf kaltem Wege hergestellt durch Zusatz der betreffenden Ingredienzien, sowie auch durch Destillation von Sprit mit aromatischen Substanzen unter nachherigem Zusatz von Zucker und Farbstoff.

Zu den Liqueuren zählt man u. a. Chartreuse, Bénédictine, Curaçao, Anisette, Kümmel und diverse Bitterliqueure.

Die *Bitteren* bestehen lediglich aus alkoholischen Kräuter- auszügen ohne oder mit nur geringem Zuckerzusatz.

Absinth nimmt eine Mittelstellung zwischen Liqueur und Bitter ein.

II. Vorschriften betreffend die Probenentnahme.

Zur Untersuchung ist eine Probe von mindestens 500 cm³ zu entnehmen. In Fällen, wo es sich lediglich um Festsetzung des Alkoholgehaltes handelt, genügt eine Probe von 200 cm³.

Ein eventuelles Siegel soll nicht auf dem Korke selbst, sondern nach Befestigung des letztern mittelst Schnüren, seitwärts durch Aufsiegeln der Schnurenden auf ein Stück Karton angebracht werden.

An Stelle des Versiegelns empfiehlt sich das Plombieren der Flaschen.

III. Vorzunehmende Prüfungen und Bestimmungen.

a) Stets auszuführende:

1. Sinnenprüfung.
2. Prüfung auf typische Riechstoffe nach *Miko*.
3. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.
4. » des Alkoholgehaltes.
5. » des Extraktgehaltes.

6. Bestimmung der Asche.
7. » der Gesamtsäure und flüchtigen Säure.
8. » des Estergehaltes (Esterzahl).
9. » der höhern Alkohole (Fuselöle).
10. Nachweis der Blausäure und des Kupfers.
11. Bestimmung der freien und gebundenen Blausäure (bei Steinobstbranntweinen).
12. Prüfung auf Aldehyde.
13. » auf Furfurol.
- b) Eventuell auszuführende:
14. Nachweis scharfschmeckender Pflanzenstoffe.
15. » ätherischer Oele und wohlriechender Essenzen.
16. » von Farb- und Bitterstoffen.
17. » von Nitrobenzol, salpetriger Säure und Basen.
18. » von Saccharin und andern Süsstoffen ausser Zucker.
19. Bestimmung des Zuckers.
20. » der verschiedenen Fettsäuren.
21. Nachweis der Esterarten und Estersäuren.
22. Trennung der höhern Alkohole.
23. Nachweis freier Mineralsäuren.
24. Bestimmung des Aldehydgehaltes.
25. » des Furfurols.
26. Nachweis der Denaturierstoffe.
27. » des Methylalkohols.
28. » von Kupfer und andern Metallen.

IV. Berechnungen.

Die Gehaltsangaben beziehen sich:

bei Alkohol auf Volumprozent,

bei Extrakt und Asche auf g pro Liter Branntwein,

bei den höhern Alkoholen, Aldehyden und Furfurol auf Volumpromill, berechnet auf den Alkohol des Branntweins.

bei Estern und Säuren auf g, berechnet auf den Alkohol des Branntweins,

bei freier und gebundener Blausäure auf mg, berechnet auf den Alkohol des Branntweins.

V. Methoden der Untersuchung.

I. Sinnenprüfung.

Die Sinnenprüfung hat sich auf Farbe, Klarheit, Geruch und Geschmack zu erstrecken. Die Prüfung auf Geruch und Geschmack ist sowohl mit dem unveränderten wie auch mit dem auf ca. 30 Vol. % verdünnten Branntwein vorzunehmen. Sprit ist zur Degustation immer mit lauwarmem Wasser auf 30 Vol. % zu verdünnen.

Ein Vergleich mit unzweifelhaft echten Produkten bietet oft wertvolle Anhaltspunkte zur Beurteilung.

Vielfach empfiehlt sich auch eine der beiden folgenden Proben:

1. Zu 10—20 cm³ Branntwein wird so viel Aether zugefügt, dass er sich eben nicht mehr löst. Durch Wasserzusatz wird der Aether abgeschieden und auf einem Uhrglase bei niedriger Temperatur verdunstet. Man prüft den Geruch des Rückstandes.

2. Der auf 20—30 % verdünnte Branntwein wird durch gepulverte Kohle aus weichem, harzfreiem Holze filtriert. Durch diese Operation gelingt es annähernd, Bouquetstoffe und Fuselöl von einander zu trennen. Die Bouquetstoffe bleiben zum grossen Teil in der Kohle zurück und können nachträglich durch Extraktion mit Aether und Verdunsten des letztern wieder gewonnen werden: das Fuselöl passiert zur Hauptsache durch die Kohle hindurch und kann aus dem Filtrat mit Chloroform extrahiert werden.

2. Prüfung auf typische Riechstoffe (nach Micko).

In einem 400 cm³ fassenden Kolben werden 200 cm³ Branntwein und 30 cm³ Wasser mit Hülfe eines Zweikugelrohraufsatzes ganz langsam und soweit als möglich destilliert. Das Destillat wird in Fraktionen geteilt, wovon die ersten sieben Fraktionen je 25 cm³, die achte Fraktion den Rest des Destillates ausmacht. Sämtliche Fraktionen werden auf Geruch und Geschmack, sowie nötigenfalls auf ihr Verhalten gegenüber verdünnter Natronlauge geprüft. Die achte Fraktion eignet sich speziell auch zum Nachweis von Vanillin.

Nach diesem Verfahren lassen sich die Bouquetstoffe der Branntweine gewissermassen trennen.

Die ersten zwei Fraktionen enthalten die Ester der Ameisen- und Essigsäure, die dritte und vierte Fraktion zeigen keine be-

sonderen Merkmale, wogegen die folgenden Fraktionen, d. h. da, wo bereits ein ziemlich wässeriger Alkohol überzudestillieren anfängt, die dem betreffenden Branntwein eigenen typischen Riechstoffe deutlich erkennen lassen. Es sind dies speziell bei Kognak und Rhum ätherische Oele von terpenartigem Charakter und feinem aromatischem Geruch.

Nach dem typischen Riechstoff treten in den Schlussfraktionen noch andere schwer flüchtige Bestandteile auf, darunter harzartige aromatische Stoffe, die sich in Natronlauge auflösen und durch Säuren wieder ausgefällt werden.

Ist der typische Riechstoff in der betreffenden Fraktion nur schwach erkennbar und sind daneben noch Ester zugegen, so empfiehlt es sich, diese Fraktion mit der zur Verseifung genau erforderlichen Menge $\frac{n}{10}$ -Natronlauge 24 Stunden bei Zimmertemperatur stehen zu lassen, worauf der Geruch des Riechstoffes wesentlich deutlicher hervortritt.

Bei einiger Uebung lassen sich nach dieser Methode viele echte Branntweine von den Kunstprodukten ohne Schwierigkeit unterscheiden.

3. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Das spezifische Gewicht wird wie bei Wein (Seite 22) bestimmt.

4. Bestimmung des Alkoholgehaltes.

In extrakthaltigen und gefärbten Spirituosen ist der Alkohol nach entsprechender Verdünnung mit Wasser durch Destillation zu bestimmen. Aromatische Stoffe (ätherische Oele, Essenzen) werden nach der Vorschrift des deutschen Bundesrates durch Ausfällen aus dem Branntwein abgeschieden.¹

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes der Branntweine bzw. deren Destillate kann mit dem Pyknometer oder mit einem genau kontrollierten Thermoalkoholometer ausgeführt werden.

Angabe des Alkoholgehaltes aus dem spezifischen Gewicht nach der Tabelle Nr. 5, Abschnitt Wein.

¹ Ztschr. f. anal. Chemie, 1892, Bd. 31, Anh. S. 10 und König, Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe, 1906, 674.

5. Bestimmung des Extraktgehaltes.

50 cm³ Branntwein werden, am besten in einer Platinschale, auf dem Wasserbade abgedampft, der Rückstand 2½ Stunden lang im Wasserbadtrockenschrank erhitzt und gewogen.

6. Bestimmung der Asche.

Man verfährt gleich wie bei der Aschenbestimmung des Weines (Seite 25).

7. Bestimmung der Gesamtsäure und flüchtigen Säuren.

Für extrakt- und farbstofffreie Branntweine wird die Gesamtsäure direkt bestimmt.

200 cm³ Branntwein werden mit $\frac{n}{10}$ Alkalilauge unter Zusatz von Phenolphthalein genau neutralisiert.

Der Gehalt an Säuren wird auf Essigsäure umgerechnet. 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Lauge = 0,006 g Essigsäure.

In extrakt- und farbstoffhaltigen Branntweinen werden nur die flüchtigen Säuren bestimmt.

200 cm³ Branntwein werden mit 20 cm³ Wasser versetzt, davon 200 cm³ abdestilliert und im Destillat die Säuren wie oben angegeben titriert und berechnet.

8. Bestimmung des Estergehaltes (Esterzahl).

Die zur Bestimmung der Gesamtsäure bzw. flüchtigen Säure verwendeten 200 cm³ bereits neutralisierten Branntweins werden mit 50 cm³ $\frac{n}{10}$ Lauge 30 Minuten am Rückflusskühler gekocht und mit $\frac{n}{10}$ Schwefelsäure zurücktitriert.

Wenn ausnahmsweise 50 cm³ $\frac{n}{10}$ Lauge nicht genügen, ist eine grössere Menge anzuwenden.

Die pro L Branntwein verbrauchte Anzahl cm³ $\frac{n}{10}$ Lauge multipliziert mit 0,0088 ergibt den Estergehalt (als Aethyllessigester) in g pro L. Dieses Resultat ist auf absoluten Alkohol umzurechnen.

9. Bestimmung der höheren Alkohole (Fuselöle).

Die quantitative Bestimmung der höheren Alkohole in Trinkbranntweinen kann nach einem der beiden folgenden Verfahren ausgeführt werden:

1. Nach der modifizierten Ausschüttlungsmethode nach *Röse*.
2. Nach der kolorimetrischen Methode nach *Komarowsky-von Fellenberg*.

Es ist stets anzugeben, nach welchem der beiden Verfahren gearbeitet worden ist. Bei normaler Zusammensetzung der höhern Alkohole geben beide Methoden befriedigend übereinstimmende Werte; bei unnormaler Zusammensetzung erhält man aber verschiedene, in beiden Fällen der Wirklichkeit nicht ganz entsprechende Zahlen. Bei Rhum ist dies sehr oft der Fall.

1. Ausschüttlungsmethode von Röse.

Es wird die von *Stutzer* und *Reitmaier*,¹ von *Windisch*² und von *von Fellenberg*³ modifizierte Methode angewendet.

Vorbereitung des Branntweins.

Vorerst muss eine genügende Menge eines mindestens 40 Vol. % Alkohol enthaltenden, verseiften und von Acetal, Aldehyden und Terpenen befreiten Destillates erzeugt werden.

Die Menge Branntwein, welche 300 cm³ Destillat von 30 % Alkohol entspricht ($\frac{9000}{a}$ cm³, wobei a = Alkoholgehalt des Branntweins) wird unter Zusatz einiger Bimstein- oder Tonstücke möglichst weit abdestilliert. Bei extraktfreien Branntweinen kann diese Destillation unterbleiben. Nun setzt man 0,6 cm³ Schwefelsäure (1 : 1) zu und lässt 5 Minuten stehen, um die Acetale in ihre Komponenten, Aldehyde und Alkohole zu spalten.⁴ Darauf wird die Flüssigkeit mit 30 %iger Kalilauge (30 g KOH + 70 g Wasser) unter Zusatz von Phenolphthalein neutralisiert und mit Silbernitrat und Kalilauge erhitzt, um die Aldehyde und Terpene zu zerstören. In der Regel setzt man 6 cm³ N-Silbernitratlösung (17 g AgNO₃ zu 100 cm³ gelöst) und 3 cm³ Kalilauge hinzu, erhitzt 30 Minuten am Rückflusskühler auf dem Wasserbade und destilliert bei hochprozentigen Branntweinen so weit wie möglich ab, bei alkoholärmeren, bis 200 cm³ übergegangen sind.

Für Rhum, sowie für Branntweine, welche sehr viel Aldehyde enthalten, genügt die angegebene Menge Silbernitrat nicht. Man erkennt dies meist daran, dass das reduzierte Silber als graue, schwammige Masse an der Oberfläche der Flüssigkeit schwimmt.

¹ Ztschr. f. anal. Chemie, 1892, Bd. 31, Anh. S. 2.

² Arbeiten aus dem kaiserl. Gesundheitsamte, 1889, 5, 390.

³ Diese Mitteilungen 1910, 1, 339, 352.

⁴ Die Schwefelsäurebehandlung kann auch mit der ersten Destillation verbunden werden.

In diesem Falle wird die Menge Silbernitrat und Kalilauge im Verhältnis von 2 : 1 erhöht.

Die Verdünnung des Branntweins auf genau 30 Volumprozent.

Spez. Gewicht: 0,96558 bei 15°.

Der Alkoholgehalt des Destillates wird mit einem Alkoholometer ermittelt, ein kleiner Teil davon (20—30 cm³) beseite gestellt und die Hauptmenge nach der folgenden Verdünnungstabelle von *Brix* auf 30 Vol. % verdünnt. Die Tabelle gibt die zu 100 cm³ Branntwein zuzusetzende Wassermenge an.

Gradstärke des Branntweins	Wasserquantum zur Verdünnung des Branntweins	Gradstärke des Branntweins	Wasserquantum zur Verdünnung des Branntweins	Gradstärke des Branntweins	Wasserquantum zur Verdünnung des Branntweins	Gradstärke des Branntweins	Wasserquantum zur Verdünnung des Branntweins	Gradstärke des Branntweins	Wasserquantum zur Verdünnung des Branntweins
100	242.4	86	192.1	72	143.2	58	94.9	44	47.1
99	238.7	85	188.6	71	139.7	57	91.4	43	43.7
98	235.0	84	185.1	70	136.3	56	88.0	42	40.3
97	231.3	83	181.6	69	132.8	55	84.6	41	36.9
96	227.7	82	178.1	68	129.4	54	81.2	40	33.5
95	224.1	81	174.6	67	125.9	53	77.7	39	30.2
94	220.5	80	171.1	66	122.4	52	74.3	38	26.8
93	216.9	79	167.6	65	119.0	51	70.9	37	23.4
92	213.4	78	164.1	64	115.5	50	67.5	36	20.1
91	209.8	77	160.6	63	112.1	49	64.1	35	16.7
90	206.3	76	157.1	62	108.6	48	60.7	34	13.4
89	202.7	75	153.6	61	105.2	47	57.3	33	10.0
88	199.2	74	150.2	60	101.8	46	53.9	32	6.6
87	195.6	73	146.7	59	98.3	45	50.5	31	3.3

Nach dieser ersten Verdünnung wird die genaue Einstellung mit einem Pyknometer oder zweckmässiger mit einem empfindlichen Thermoalkoholometer vorgenommen, bei welchem die Distanz zwischen Grad 29—30 und Grad 30—31 mindestens 20 mm beträgt und jeder Temperaturgrad in $\frac{1}{10}$ eingeteilt ist. Sämtliche Ablesungen sind bei genau 15° vorzunehmen.

Beträgt der Alkoholgehalt mehr als 30 Vol. %, so wird nach der Tabelle von *Brix* weiter verdünnt; beträgt er weniger als 30 (zu stark verdünnt), so setzt man die berechnete Menge des zurückbehaltenen, unverdünnten Destillates hinzu. Die Menge absoluten

Alkohols, welche notwendig wäre, um den Branntwein auf 30 Vol. % zu bringen, lässt sich nach der folgenden Formel von *Sell* berechnen:

$$x = \frac{300 - 10 v}{7}$$

wobei v die gefundenen Vol. % des untersuchten Branntweins bedeutet.

Da wir aber nicht absoluten Alkohol, sondern ein Destillat von wechselndem Alkoholgehalt zur Verfügung haben, so muss die Zahl x noch je nach dem Alkoholgehalt dieses zuzusetzenden Destillates mit einem der in der folgenden Tabelle wiedergegebenen Faktoren multipliziert werden.

Alkohol- gehalt	Faktor	Alkohol- gehalt	Faktor	Alkohol- gehalt	Faktor	Alkohol- gehalt	Faktor
100	1,00	59	2,38	52	3,13	45	4,34
90	1,11	58	2,47	51	3,26	44	4,60
80	1,39	57	2,56	50	3,40	43	4,86
75	1,54	56	2,65	49	3,55	42	5,18
70	1,73	55	2,75	48	3,73	41	5,56
65	1,96	54	2,87	47	3,94	40	6,29
60	2,30	53	3,00	46	4,13		

Ausschüttelung des 30 %igen Branntweins mit Chloroform.

Als Schüttelapparat wird der von *Windisch*¹ verbesserte Röse-Herzfeld'sche empfohlen:

Röhrenlänge ca. 38—39 cm. Länge des graduierten Teils 16 bis 18 cm; lichter Durchmesser dieses Teils 4,2 mm und Inhalt 2½ cm; Einteilung mithin von 20—22,5 cm³ in je 0,02 cm³, Gesamtinhalt des Apparates 180—200 cm³.²

Man bringt mittelst eines Scheidetrichters mit langer Ausflussröhre ca. 20 cm³ Chloroform in den trockenen Apparat, temperiert auf 15° und stellt die Flüssigkeit genau auf die unterste Marke (20) ein; nun schichtet man 100 cm³ des zu prüfenden Alkohols (von 15°) darüber, gibt noch 1 cm³ Schwefelsäure von genau 1,2857 spezifischem Gewicht zu, schliesst den Apparat und lässt denselben im Kühlgefäss (15°) 30 Minuten stehen. Hierauf nimmt man den Apparat heraus, schliesst den Stöpsel fest zu,

¹ Arbeiten aus dem kaiserl. Gesundheitsamt, Bd. V, 2, 391.

² Die gleichzeitig verwendeten Apparate müssen dieselbe Form und möglichst denselben Inhalt haben.

wendet langsam um, so dass das Chloroform und der Alkohol in der Birne zusammenfliessen, trocknet den Apparat und schüttelt kräftig während 2 Minuten durch. Alsdann lässt man absitzen und bringt allfällig hängen gebliebene Chloroformtröpfchen durch Drehen, Klopfen etc. des Apparates ebenfalls zum Sinken, stellt denselben wieder in das Kühlgefäss, lässt eine Stunde stehen und liest die Chloroformschicht eventuell mit einer Lupe ab. Auf genaues Innehalten der Normaltemperatur (15°), sowie auf peinliche Reinhaltung der Apparate ist besonders zu achten, da die geringsten Spuren von Verunreinigungen ein Einschliessen von Alkohol in Chloroform veranlassen. Jede Ausschüttelung wird doppelt vorgenommen.

Für jeden Grad, den Alkohol, Chloroform und Kühlwasser über oder unter der Normaltemperatur zeigen, wächst, bezw. fällt die Steighöhe des Chloroforms um $0,046 \text{ cm}^3$.

Nach jeder Bestimmung sind die Apparate mehrmals mit einer Mischung von Alkohol und Aether auszuspülen; nach 3—4maligem Gebrauch ist eine gründliche Reinigung derselben vorzunehmen, indem man eine Mischung von Kaliumbichromat und konzentrierter Schwefelsäure einfüllt und die Apparate längere Zeit mit dem untern Teil in Wasser von nahezu Siedetemperatur stehen lässt.

Um kleinere Fehler, wie sie durch Abweichungen von der Normaltemperatur, besonders während des Schüttelns, durch ungleichmässiges Schütteln u. a. m. verursacht werden können, zu vermeiden oder wenigstens auf ein Minimum zu reduzieren, ist es notwendig:

1. zur Festsetzung der Steighöhenbasis bei jeder Fuselbestimmung mit einem Normalsprit zu gleicher Zeit die nämlichen Manipulationen vorzunehmen, wie mit dem zu prüfenden Branntwein. (Unter Normalsprit versteht man einen mehrmals rektifizierten reinsten, bei 15° genau auf 30 Vol. % eingestellten Weinsprit.)

2. sämtliche Schüttelapparate in einem geräumigen, das Beobachten im Wasser leicht ermöglichenden Kühlgefäss fortwährend auf der Normaltemperatur von 15° zu halten.

Im fernern ist es angenehm, sämtliche Apparate statt nach einander von Hand gleichzeitig mit einer maschinellen Vorrichtung zu schütteln.¹ Dabei ist aber zu berücksichtigen, dass bei

¹ Beschreibung einer Schüttelvorrichtung von *L. Gebek & A. Stutzer* in *Ztschr. f. angewandte Chemie*, 1893, 132.

grosser Zimmerwärme leicht eine Ungleichheit der Temperatur während des Schüttelns eintreten kann, indem die dem Bade zuerst entnommenen Röhren sich etwas mehr erwärmen als die zuletzt entnommenen. Das Abtrocknen und Einspannen der Röhren in den Schüttelapparat hat deshalb möglichst rasch vor sich zu gehen.

Berechnung des Fuselölgehaltes.

Absolute Steighöhe	Volumpromill Fuselöl berechnet auf		Absolute Steighöhe	Volumpromill Fuselöl berechnet auf	
	Alkoh. 30 %	Alkoh. absol.		Alkoh. 30 %	Alkoh. absol.
0,01	0,066	0,220	0,33	2,188	7,293
0,02	0,133	0,443	0,34	2,255	7,517
0,03	0,199	0,663	0,35	2,321	7,737
0,04	0,265	0,883	0,36	2,387	7,957
0,05	0,332	1,107	0,37	2,453	8,177
0,06	0,398	1,327	0,38	2,520	8,400
0,07	0,464	1,547	0,39	2,586	8,620
0,08	0,530	1,767	0,40	2,652	8,840
0,09	0,597	1,990	0,41	2,719	9,063
0,10	0,663	2,210	0,42	2,785	9,283
0,11	0,729	2,430	0,43	2,851	9,503
0,12	0,796	2,653	0,44	2,918	9,727
0,13	0,862	2,873	0,45	2,984	9,947
0,14	0,928	3,093	0,46	3,050	10,167
0,15	0,995	3,317	0,47	3,117	10,390
0,16	1,061	3,537	0,48	3,183	10,610
0,17	1,127	3,757	0,49	3,249	10,830
0,18	1,194	3,980	0,50	3,316	11,053
0,19	1,260	4,200	0,51	3,382	11,273
0,20	1,326	4,420	0,52	3,448	11,493
0,21	1,393	4,643	0,53	3,514	11,713
0,22	1,459	4,863	0,54	3,581	11,937
0,23	1,525	5,083	0,55	3,647	12,157
0,24	1,591	5,303	0,56	3,713	12,377
0,25	1,658	5,527	0,57	3,780	12,600
0,26	1,724	5,747	0,58	3,846	12,820
0,27	1,790	5,967	0,59	3,912	13,040
0,28	1,857	6,190	0,60	3,979	13,263
0,29	1,923	6,410	0,61	4,045	13,483
0,30	1,989	6,630	0,62	4,111	13,703
0,31	2,055	6,850	0,63	4,178	13,927
0,32	2,122	7,073			

Das Fuselöl wird nach dem Vorschlage von *Stutzer* auf Amylalkohol berechnet.

Eine absolute Steighöhe von 0,01 cm³ zeigt nach *Sell* einen Amylalkoholgehalt von 0,06631 Vol.‰ an.

Nur die auf absoluten Alkohol berechneten Zahlen werden angegeben.

2. Colorimetrische Methode nach Komarowsky-von Fellenberg¹.

Die Vorbereitung der Branntweine wird ähnlich vorgenommen, wie bei der *Röse*methode angegeben ist, aber mit kleineren Mengen.

Die Menge Branntwein, welche 100 cm³ Destillat von 30 Vol.‰ Alkohol entspricht ($\frac{3000}{a}$ cm³, wobei a = Alkoholgehalt des Branntweins), wird destilliert, das Destillat mit 0,2 cm³ Schwefelsäure (1:1) 5 Minuten stehen gelassen, mit 30 ‰iger Kalilauge unter Zusatz von Phenolphthalein neutralisiert, mit 2 cm³ N-Silbernitrat und 1 cm³ Kalilauge (bei Rhum und sehr aldehydreichen Branntweinen mit grösseren Mengen $\frac{1}{2}$ Stunde am Rückflusskühler auf dem Wasserbade erhitzt und destilliert. Das Destillat wird auf genau 100 cm³ gebracht; es enthält somit 30 Vol.‰ Alkohol. Eine genauere Einstellung ist überflüssig.

5 cm³ des Destillates werden in einem 100 cm³-Kölbchen mit 2,5 cm³ einer 1 ‰igen alkoholischen Salicylaldehydlösung und 2,5 cm³ Wasser versetzt. Man lässt nun sorgfältig bei geneigter Stellung des Kölbchens 20 cm³ reine konzentrierte Schwefelsäure der Wandung nach zufließen und schwenkt sorgfältig um. Die Flüssigkeit erwärmt sich stark und nimmt bald eine violettrote Färbung an, welche allmählich zunimmt.

Gleichzeitig mit dem Branntweindestillat setzt man in genau gleicher Weise einen Typ an, welcher 30 ‰ Alkohol und 2 oder 3 Vol.‰ höhere Alkohole, bezogen auf Aethylalkohol, enthält.²

45 Minuten nach Zusatz der Schwefelsäure haben sich die Mischungen nahezu auf Zimmertemperatur abgekühlt. Man verdünnt sie nun mit 50 cm³ Schwefelsäure von ca. 62 ‰ (1 Volum konzentrierte Schwefelsäure + 1 Volum Wasser) und vergleicht

¹ Diese Mitteilungen 1910, 1, 311.

² Solche Fuseltypen werden vom schweiz. Alkoholamt an die amtlichen Laboratorien abgegeben.

die Farbtintensitäten in einem Kolorimeter. Die kolorimetrische Bestimmung soll unmittelbar nach der Verdünnung erfolgen. Wenn eine weitere Verdünnung der einen oder andern Lösung erwünscht ist, kann sie mit der Schwefelsäure 1 : 1 vorgenommen werden.

Bei jeder Serie von Bestimmungen muss ein Typ mit angesetzt werden, da die Lösungen nicht längere Zeit haltbar sind. Die Parallelversuche sind in Gefässen von derselben Form und Grösse, am besten in 100 cm³-Messkolben, vorzunehmen, damit die Wärmeausstrahlung überall dieselbe ist; denn die Reaktion ist wesentlich abhängig von der Höhe der Temperatur und von der Dauer der Erwärmung. Aus diesem Grunde ist es auch unstatthaft, die Flüssigkeiten etwa vor der Zeit künstlich abzukühlen.

10. Nachweis der Blausäure und des Kupfers.

Die Blausäure ist in den Steinobstbranntweinen zum Teil in freiem Zustande, zum Teil gebunden in Form von Benzaldehydcyanhydrin enthalten. Nur die freie Blausäure lässt sich direkt nachweisen und bestimmen, die gebundene muss zuerst durch Alkalibehandlung aus ihrer Muttersubstanz abgespalten werden.

a) Freie Blausäure:

5 cm³ Branntwein werden in einem Reagensröhrchen mit einigen Tropfen frisch bereiteter Guajak-tinktur (0,1 g Guajakharz in 50 cm³ Alkohol gelöst und 50 cm³ Wasser beigemischt) und 2 Tropfen Kupfersulfatlösung von 1 0/100 versetzt und die Mischung umgeschüttelt. Bei Gegenwart von freier Blausäure tritt Blaufärbung ein.

Tritt die Blaufärbung vor dem Zusatz des Kupfersulfats ein, so ist dadurch ausser der Blausäure auch *Kupfer* nachgewiesen.

In blausäurefreien Branntweinen ist der Kupfernachweis in analoger Weise nach Zusatz von einer Spur Cyankalium auszuführen.

b) Gebundene Blausäure:

5 cm³ Branntwein werden mit Alkalilauge alkalisch gemacht und 3—5 Minuten stehen gelassen. Darauf wird die Flüssigkeit mit Essigsäure ganz schwach angesäuert; zum Nachweis der nunmehr freien Blausäure wird verfahren wie bei *a*. Dabei gibt sich das Vorhandensein von Blausäure in gebundener Form dadurch zu erkennen, dass jetzt eine stärkere Reaktion auftritt als bei der Prüfung auf freie Blausäure.

II. Bestimmung der freien und gebundenen Blausäure (bei Steinobstbranntweinen).

Man verwendet das *Volhard'sche* Titrierverfahren.

a) Freie Blausäure.

100 cm³ Branntwein werden mit 10 cm³ Silbernitratlösung (3,1496 g im L, wovon 1 cm³ = 0,5 mg Blausäure entspricht) und 2 cm³ Salpetersäure (spez. Gew. 1,4) versetzt und auf 250 cm³ aufgefüllt. Man filtriert durch ein trockenes Filter und titriert in 200 cm³ des Filtrates das überschüssige Silber mit einer 1,412 g enthaltenden, auf die Silbernitratlösung genau eingestellten Rhodanammonlösung zurück unter Verwendung von Eisenalaun als Indikator.

Bedeutet x die Anzahl cm³ zurücktitrierte Rhodanammonlösung, so ist $(8-x) \frac{25}{4}$ der Blausäuregehalt, ausgedrückt in mg im L Branntwein. Man rechnet die erhaltene Zahl auf den Alkohol des Branntweins um.

b) Gesamte Blausäure.

100 cm³ Branntwein werden mit 20 cm³ Ammoniak (10 %ig) versetzt. Nach 3—5 Minuten fügt man 10 cm³ Silbernitratlösung hinzu und säuert mit 10 cm³ Salpetersäure (spez. Gew. 1,4) an. Im übrigen verfährt man wie bei der Bestimmung der freien Blausäure.

Werden nicht 100 cm³, sondern y cm³ Branntwein verwendet, so berechnet sich der Blausäuregehalt in mg pro L für beide Bestimmungen aus der Formel:

$$(8-x) \cdot \frac{5}{4} \cdot \frac{1000}{y} \cdot 0,5 = \frac{(8-x) 2500}{4 y}$$

Aus der Differenz der gesamten und der freien Blausäure ergibt sich der Gehalt an gebundener Säure.

Die Menge des Benzaldehydcyanhydrins wird erhalten, indem man nach *Windisch* den Gehalt an gebundener Blausäure mit dem Faktor 4,92 multipliziert.

Branntweine, welche extrakthaltig sind und speziell solche, welche Chlorverbindungen enthalten, sind vor der Blausäurebestimmung zu destillieren.

Bei Mangel an Material kann die Bestimmung auch mit weniger als 100 cm³ ausgeführt werden.

12. Prüfung auf Aldehyde.

Von den für diesen Nachweis vorgeschlagenen Methoden eignet sich für alle Fälle, in denen das Versuchsobjekt keine salpetrige Säure enthält, die von *W. Windisch*¹ empfohlene Reaktion mit salzsaurem Metaphenylendiamin am besten.

10 cm³ Branntwein oder Spiritus werden in einem Reagensglase mit 1 cm³ einer stets frisch bereiteten 10 %igen Lösung des Salzes vermischt und nach 10 Minuten die entstandene gelbe Färbung beobachtet. Nach einiger Zeit (ca. 1/2 Stunde) ist die gelbe Farbe in eine schön grüne Fluoreszenz übergegangen.

Ein weiteres empfindliches Reagens auf Aldehyd bildet eine durch *schweflige Säure entfärbte Fuchsinlösung*. Nach *L. Medicus*² vermischt man gleiche Volumina einer wässerigen Lösung von 1⁰/₀₀ Diamantfuchsin und 1%iger schwefliger Säure (H₂SO₃). Nach einigen Stunden ist die Mischung wasserhell. Von diesem Reagens vermischt man in einem Zylinder 1 Volumen mit 2 Volumen der auf 30 % verdünnten alkoholischen Flüssigkeit und beobachtet während etwa 2 Minuten die eingetretene Rotfärbung. Dieses Reagens hat den Nachteil, dass auch einige andere Verbindungen, wie beispielsweise ganz reiner Aethylalkohol, eine schwache Rotfärbung mit demselben hervorrufen. Die Methode eignet sich als Ersatz der erstbeschriebenen besonders in den Fällen, in welchen der Branntwein oder Sprit salpetrige Säure enthält.

13. Prüfung auf Furfurol.

10 cm³ Spiritus oder Branntwein werden mit 0,5 cm³ Anilin und 0,5 cm³ Eisessig versetzt. Bei Gegenwart von Furfurol tritt eine Rosa-Färbung auf.

14. Nachweis scharfschmeckender Pflanzenstoffe.

Bei Zusatz scharfschmeckender Stoffe, wie Extrakte aus Paprika, Paradieskörnern, Pfefferkörnern etc. zu Branntweinen kann der Geschmack des Eindunstungsrückstandes zur Erkennung dienen.

15. Nachweis ätherischer Oele und wohlriechender Essenzen.

Für den Nachweis der ätherischen Oele in Liqueuren und dergleichen wird auf die Arbeit von *Klimont* verwiesen.³

¹ Zeitschrift für Spiritusindustrie, 1886, 519.

² Forschungsbericht über Lebensmittel, 1895, 299.

³ Chemiker-Zeitung, 1894. S. 641 u. 672.

16. Nachweis von Farb- und Bitterstoffen.

Alle durch Lagern in Holzfässern gelbbraun gefärbten Branntweine zeichnen sich durch einen Gehalt an Gerbsäure aus. Die Prüfung auf Eichengerbstoff wird wie folgt ausgeführt:

Reagens: 5 g Eisenvitriol + 5 g Eisenchlorid werden in 100 cm³ Wasser gelöst.

10 cm³ Branntwein werden, ohne umzuschütteln, tropfenweise mit diesem Reagens versetzt. Es entsteht eine dunkelblaue, nicht schwarzgrüne Färbung.

Die Prüfung auf Teerfarbstoffe hat mittelst der Färbeprobe wie bei Wein zu erfolgen.

Bezüglich Nachweis von Bitterstoffen (Aloë und dergleichen) muss auf die Literatur verwiesen werden.¹

17. Nachweis von Nitrobenzol, salpetriger Säure und Basen.

Nitrobenzol wird qualitativ durch Reduktion in Anilin mit Eisen oder nach *Ludwig* mit Zink nachgewiesen.²

Spuren von *salpetriger Säure* kommen ausnahmsweise in Rohspiritus und Sprit vor. Zum Nachweis werden ca. 200 cm³ der Flüssigkeit schwach alkalisch gemacht, auf dem Wasserbade eingengt und der Rückstand wie bei Wasser geprüft.

Basen inklusive Ammoniak kommen gewöhnlich durch faulige Gärung in den Branntwein. Man kann das den Basen entsprechende Ammoniak wie folgt bestimmen: 1 Liter Branntwein wird mit Schwefelsäure versetzt, der Alkohol abdestilliert und der Rückstand mit 10 cm³ konzentrierter Schwefelsäure bis zum Farbloswerden erhitzt; dann macht man mit Natronlauge alkalisch; destilliert das entstandene Ammoniak ab und prüft mit Nessler'schem Reagens oder bestimmt das NH₃ durch Titration mit 1/10 Normal-Schwefelsäure.

18. Nachweis des Saccharins und anderer Süsstoffe ausser Zucker.

Für diesen Nachweis wird auf *Windisch*, Untersuchung des Weines, 1896, Seiten 138—142 verwiesen.

¹ *König*, Nahrungs- und Genussmittel, 1910, Bd. III, 302.

² *Vortmann*, Anleitung zur chem. Analyse org. Stoffe, 1891, 229.

19. Bestimmung des Zuckers.

Der Zucker, welcher sich in den Liqueuren meistens in Form von Rohrzucker vorfindet, wird in analoger Weise wie beim Wein bestimmt.

20. Bestimmung der verschiedenen Fettsäuren.

(Ameisensäure, Essigsäure, Buttersäure und höhere Fettsäuren.)

Diese Bestimmungen sind nach *K. Windisch*¹ auszuführen.

21. Nachweis der Esterarten und Estersäuren.

Für diesen Nachweis wird auf die Arbeiten von *K. Windisch* verwiesen.²

22. Trennung der höhern Alkohole.

Die Trennung der höhern Alkohole kann nur durch fraktionierte Destillation bewirkt werden.³

23. Nachweis freier Mineralsäuren.

Der Nachweis freier Mineralsäuren erfolgt in derselben Weise wie bei Essig (Seite ■).

24. Bestimmung des Aldehydgehaltes.

Der Aldehydgehalt kann auf kolorimetrische Weise durch Vergleichung mit Lösungen von bekanntem Gehalt an Aldehyd nach Zusatz von salzsaurem Metaphenylendiamin annähernd quantitativ bestimmt werden.

Nach *Enz* bereitet man sich die Vergleichstypen auf folgende Weise:

Je 1 g *Metanilgelb* und 1 g *Tropäolin cryst.* werden in je 500 cm³ Wasser gelöst und beide Lösungen filtriert.

1. Für die 3 stärksten Konzentrationen von 5, 2,5, 1,5 ‰ wird nur Metanilgelblösung verwendet (= A), für die weiteren Typen dagegen eine Mischung von 30 cm³ Tropäolin und 4 cm³ Metanilgelblösung (= H).

¹ Arbeiten aus dem kaiserl. Gesundheitsamte, 1893, 8, 159, 262 ff.

² » » » » » 1893, 8, 153, 159, 262.

³ » » » » » 1893, 8, 153, 262.

1.	30	cm ³	der Metanilgelblösung, auf 100 verdünnt, entsprechen	5,0	‰	Aldehyd.
2.	50	cm ³	Lösung A, auf 100 verdünnt, entsprechen	2,5	‰	»
3.	30	»	» A » » » »	1,5	‰	»
4.	16	»	» A » » » »	1,0	‰	»
5.	11	»	» A » » » »	0,7	‰	»
6.	8	»	» A » » » »	0,5	‰	»
7.	6,5	»	» A » » » »	0,4	‰	»
8.	3	»	» A » » » »	0,2	‰	»
9.	60	»	» H » » » »	0,15	‰	»
10.	40	»	» H » » » »	0,10	‰	»
11.	30	»	» H » » » »	0,08	‰	»
12.	25	»	» H » » » »	0,07	‰	»
13.	17,5	»	» H » » » »	0,05	‰	»
14.	10	»	» H » » » »	0,03	‰	»
15.	6	»	» H » » » »	0,02	‰	»

Die Lösungen werden mit je 10 cm³ in Reagensgläser von starkem Glase eingefüllt und zugeschmolzen. Es empfiehlt sich, dieselben im Dunkeln aufzubewahren.

25. Bestimmung des Furfurols.

Die Bestimmung des Furfurolgehaltes kann ebenfalls kolorimetrisch ausgeführt werden. 10 cm³ Spiritus oder Branntwein werden mit 0,5 cm³ Anilin und 2—3 Tropfen konzentrierter Essigsäure versetzt. Die Rotfärbung ist nach 5 Minuten mit derjenigen zu vergleichen, welche Furfurollösungen von bestimmtem Gehalt ergeben.

26. Nachweis der Denaturierstoffe.

In Spirituosen aller Art, bei welchen Geruch und Geschmack etc. oder eventuell der niedrige Preis das Vorhandensein von denaturiertem Brennsprit vermuten lässt, empfiehlt es sich, eine Prüfung auf die Denaturierstoffe Pyridin und Methyläthylketon vorzunehmen.

Zur Prüfung auf Pyridin wird der fragliche Branntwein, sofern er extrakthaltig ist, alkalisch gemacht, abdestilliert und das Destillat in eine Vorlage eingeleitet, welche ca. 20 cm³ verdünnte Salzsäure enthält. Reiner Sprit und extraktfreie Spirituosen können direkt mit Salzsäure versetzt werden. Die so erhaltene

saure Flüssigkeit wird nun durch Verdampfen eingeengt und der Rückstand nach Zusatz einiger Tropfen konzentrierter Kalilauge durch den Geruch auf das Vorhandensein von Pyridin geprüft. Bei Gegenwart der Base kann letztere dann in ihr Quecksilber- oder Cadmiumsalz übergeführt werden.

Zum Nachweis des Methyläthylketons wird die alkoholische Flüssigkeit in einem Kolben mit Aufsatz (Anderliniröhre oder dergleichen) langsam rektifiziert und die ersten Tropfen des Rektifikates mit einer Lösung von 2 Teilen Phenylhydrazin und 3 Teilen Natriumacetat in 12 Teilen Wasser auf Methyläthylketon geprüft; bei Gegenwart des Ketons tritt eine milchige Trübung ein.

Bei Branntwein mit sehr starkem Aldehydgehalt (über 1 %) kann dieser Körper im Vorlauf mit Phenylhydrazin ebenfalls eine Trübung hervorrufen. In diesem Falle ist der Aldehyd vor der Rektifikation des Branntweins durch Zusatz von überschüssigem salzsaurem Metaphenylendiamin zu entfernen oder durch Kochen mit Kalilauge zu zerstören.

Stehen grössere Quantitäten des fraglichen Branntweins zur Verfügung, so kann das Methyläthylketon zur Gewinnung eines «Corpus delicti» durch Zusatz von Hydroxylamin in das betreffende Ketoxim übergeführt werden: Der Branntwein oder dessen Destillat wird auf ca. 30 Vol. % verdünnt, mit Sodalösung schwach alkalisch gemacht, dann mit ca. 5 g Hydroxylamin versetzt und mindestens 24 Stunden stehen gelassen. Nachher wird das Ganze mehrmals mit kleinen Mengen Chloroform extrahiert, aus den vereinigten Auszügen das Ketoxim durch Verdunsten des Chloroforms gewonnen und eventuell durch Destillation gereinigt.

27. Nachweis von Methylalkohol. ¹⁾

In einem geräumigen Reagensglase werden 0,1 cm³ des zu untersuchenden Destillates mit 5 cm³ einer 1 %igen Lösung von Kaliumpermanganat und 0,2 cm³ reiner, konzentrierter Schwefelsäure versetzt und geschüttelt. Nach Verlauf von 2—3 Minuten wird 1 cm³ einer kalt gesättigten (ca. 8 %igen) Oxalsäurelösung hinzugefügt und umgeschüttelt. Nach wenigen Sekunden hat die Lösung Madeirafarbe angenommen. Man setzt nun noch 1 cm³ konzentrierter Schwefelsäure hinzu, wobei die Färbung verschwindet und versetzt mit 5 cm³ fuchsinschwefliger Säure, welche durch

¹⁾ Vergl. C. Denigès, Comptes rendus, 1910. 150, 832.

Mischer: gleicher Teile 1 %iger Lösungen von schwefliger Säure (H_2SO_3) und Fuchsin bereitet wird. Nach einigen Minuten entsteht bei Anwesenheit von Methylalkohol eine violette bis rote Färbung, welche in der Regel nach 15—20 Minuten ihr Maximum erreicht hat und stundenlang bestehen bleibt.

Bei schwachen Reaktionen sind folgende zwei Punkte zu berücksichtigen:

1. Die höhern Alkohole (Amyl- und ganz besonders Isobutylalkohol) geben eine geringe Rotfärbung, welche ungefähr 0,1 % Methylalkohol vortäuschen kann.

2. Gewisse Branntweine, wie Rhum, Trester- und besonders Obsttresterbranntwein enthalten natürlicherweise oft geringe Mengen Methylalkohol. In zweifelhaften Fällen vergleiche man die Reaktion mit einer solchen, die durch eine Mischung von 0,5 Teilen Methylalkohol und 99,5 Teilen Aethylalkohol hervorgerufen wird, bei Obsttresterbranntwein mit einer doppelt so viel Methylalkohol enthaltenden. Ist die Reaktion der zu untersuchenden Lösung stärker als diejenige der Vergleichslösung, so ist mit grösster Wahrscheinlichkeit auf zugesetzten Methylalkohol zu schliessen. In diesem Falle empfiehlt es sich, eine quantitative Bestimmung vorzunehmen.

28. Bestimmung von Kupfer und andern Metallen.

Der Kupfergehalt lässt sich quantitativ nach der kolorimetrischen Methode von *Nessler* und *Barth*¹ ermitteln.

Andere schwere Metalle werden nach den gewöhnlichen Methoden der quantitativen Analyse bestimmt.

VI. Beurteilung.

a) Allgemeine Anforderungen.

Der Alkoholgehalt der *Trinkbranntweine* soll mindestens 42 Vol. % (Grade nach Gay-Lussac bei 15° C.) betragen.

Als Kognak, Rhum, Arak, Kirschwasser, Zwetschgenwasser, Tresterbranntwein, Hefe- oder Drusenbranntwein, Enzian etc. dürfen nur solche Branntweine bezeichnet werden, die ausschliess-

¹ *König*, Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe, 1906, 694.

lich aus den gebräuchlichen Rohstoffen hergestellt worden sind. Sie sollen die spezifischen Produkte enthalten, welche bei der Herstellung aus den zugehörigen Rohstoffen und bei der Lagerung entstehen und das charakteristische Bouquet des Getränkes bilden.

Bei der Begutachtung von Spirituosen ist auch das Ergebnis der Sinnenprüfung durch Sachverständige zu berücksichtigen.

Branntweine, die in der Maische oder im fertigen Zustande mit Sprit oder Spiritus und Wasser vermischt worden sind, oder in denen aus anderweitigen Gründen die spezifischen Destillationsprodukte, die das charakteristische Bouquet des Getränkes bilden, nicht in genügendem Masse enthalten sind, müssen im Gross- und Kleinverkehr und beim Ausschank als *Branntweinverschnitte* oder als *Façon-Branntweine*, z. B. als «Kognak-Verschnitt», «Rhum-Verschnitt», «Kirschwasser-Verschnitt» oder als «Façon-Kognak», «Façon-Rhum», «Façon-Kirschwasser» bezeichnet werden.

In Kirschwasser-Verschnitt (Façon-Kirschwasser) muss mindestens die Hälfte des vorhandenen Alkohols von echtem Kirschwasser und in den übrigen Branntweinverschnitten (Façon-Branntweinen) mindestens ein Viertel des vorhandenen Alkohols von echten Branntweinen der betreffenden Art herrühren.

Branntweine, die den an Branntweinverschnitte (Façon-Branntweine) gestellten Anforderungen nicht genügen, sowie Branntweine, welche mit Hülfe von ätherischen Oelen, Extrakten, Essenzen etc. hergestellt sind, müssen im Gross- und Kleinverkehr und beim Ausschank als *künstliche Branntweine*, z. B. als «künstlicher Kognak», «künstlicher Rhum», «künstliches Kirschwasser» bezeichnet werden.

b) Spezielle Anforderungen.

Die Werte für die höhern Alkohole und Ester, bezogen auf den Alkohol der Branntweine, schwanken in der Regel zwischen den in der folgenden Tabelle wiedergegebenen Zahlen.

	Höhere Alkohole (Volumpromill)	Estergehalt (g im Liter)
<i>Kognak</i>	2—4	1—2
<i>Rhum</i> nach <i>Röse</i>	1—3	gewöhnliche Sorten 1—3
nach <i>Komarowsky-von Fellenberg</i>	Spuren bis 3	Jamaika-Rhum 2,5—5
<i>Wein- und Obstdrusenbranntwein</i> .	2,5—4	3—5
<i>Trauben- und Obsttresterbranntwein</i>	3,5—5	1,5—2,5
<i>Kirschwasser</i>	1,5—6	3—6

Der Blausäuregehalt des Kirschwassers fällt selten unter 16 mg im L, bezogen auf den Alkohol und darf nicht mehr als 50 mg, bezogen auf den Branntwein, betragen.

Es ist zu beachten, dass ein Branntwein, dessen Zahlen innerhalb der angegebenen Grenzen liegen, dennoch verfälscht sein kann.

Ausnahmsweise können auch unverfälschte Branntweine vorkommen, deren analytische Daten sich ausserhalb der angeführten Grenzzahlen bewegen.

In zweifelhaften Fällen ist die Degustation ausschlaggebend, doch muss auch, wenn dieselbe normal ist, für Branntweine, die den analytischen Mindestanforderungen nicht genügen, Ursprung, Bereitungsart und Jahrgang berücksichtigt, sowie einwandfreies Vergleichsmaterial beigezogen werden.

Anforderungen an Sprite.

Der Alkoholgehalt des Sprits soll bei 15° C. mindestens 95 Vol. % nach Gay-Lussac betragen. Fein-, Prima- und Weinsprite dürfen weder Furfurol, noch stickstoffhaltige Verunreinigungen (Basen, salpetrige Säure etc.) enthalten. Wein- und Primasprite müssen ausserdem aldehydfrei sein. Der Aldehydgehalt des Feinsprits darf höchstens 0,05 Vol. $\frac{0}{100}$, derjenige des Sekundasprits nicht über 0,2 Vol. $\frac{0}{100}$ betragen. Zur Neutralisation der in 100 cm³ Fein-, Prima- oder Weinsprit enthaltenen Säuren sollen nicht mehr als 1 cm³ $\frac{N}{10}$ -Alkali verbraucht werden.

Bei der Reaktion mit Salicylaldehyd und Schwefelsäure nach *Komarowsky* sollen reingehaltene Wein- und Primasprite nur eine hellgelbe, Feinsprite nur eine gelbe bis dunkelbraune Färbung zeigen.

(Im Holzfass gelagerte Sprite sind vorher der Destillation zu unterwerfen.)

Bei der Prüfung der mit frischem Trinkwasser auf zirka 30 Vol. % verdünnten Ware auf Geruch und Geschmack soll der Weinsprit ganz, der Primasprit nahezu rein und neutral befunden werden. Der Feinsprit darf nur einen unbedeutenden Nebengeruch und nur einen schwachen Beigeschmack aufweisen.

